

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

Д 520.009.01 на базе Национального исследовательского центра

«Курчатовский институт»

по диссертации БАЙРАМУКОВА Виктора Юрьевича «Структура пиролизатов дифталоцианинов металлов» на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 - «физика конденсированного состояния»

Диссертационный совет отмечает, что **полученные соискателем результаты заключаются в следующем:**

1) **Исследованы** процессы пиролиза молекул дифталоцианинов в интервале температур 790-1450°C. Методом инфракрасной спектроскопии показано, что при пиролизе происходит деструкция фталоцианинового кольца с исчезновением множества характеристических полос для дифталоцианина в области 700-1400 см<sup>-1</sup>. Для полученных пиролизатов профили поглощения незначительно меняются в зависимости от температуры и продолжительности термообработки, что указывает на формирование стабильных структур.

2) Методом электронной микроскопии **показано**, что углеродная матрица и инкорпорированный в нее металл при пиролизе в интервале температур 900-1450°C демонстрируют два типа организации, зависящие от температурных условий пиролиза. При низкотемпературном пиролизе (900°C) углеродная матрица имеет аморфную структуру, при этом атомы металла распределены в ней неравномерно, с образованием наноразмерных разреженных кластеров. При высокотемпературном пиролизе в аморфной углеродной матрице образуются локально упорядоченные кристаллические (графитовые) области, а неравномерно распределенный металл сегрегирует в объеме углеродной матрицы с образованием кристаллов типа  $\alpha$ -иттрия. Данная структура устойчива в интервале температур 1200-1500°C. Ввиду общего типа кристаллической решетки (структурный тип магния) для  $\alpha$ -иттрия и большинства лантаноидов и актиноидов, в т.ч. америция, кюрия, можно ожидать, что процессы структурирования имеют подобный характер при наличии различных металлов-комплексобразователей дифталоцианинов.

3) **Выявлена** зависимость структурирования атомов металла в углеродной матрице от строения исходной молекулы-прекурсора. Для монофталоцианинов металлов, в которых атом металла связан с одним лигандом, например, для железа, пиролиз ведет к образованию целого ряда частиц  $\alpha$ -Fe,  $\gamma$ -Fe, Fe<sub>3</sub>C и фазы магнетита. Для дифталоцианинов металлов, в которых атом металла заключен между лигандами, пиролиз ведет сначала к росту разреженных нанокластеров металла в аморфной углеродной матрице, далее – к сегрегации

нанокластеров в кристаллы типа  $\alpha$ -иттрия. Таким образом, строение исходной молекулы-прекурсора предопределяет характер структурных превращений в продуктах пиролиза в зависимости от того, связан ли атом металла с одним лигандом, либо удерживается между лигандами координационными связями.

4) Методом атомно-силовой микроскопии **установлено**, что процесс пиролиза для дифталоцианинов, образованных различными металлами-комплексообразователями, протекает одинаково с деструкцией исходного кристалла и образованием аморфной фазы пиролизата. На всех стадиях пиролиза методом фазового контраста подтверждено, что металл инкорпорирован в объем углеродной матрицы. Полученные атомно-силовые изображения демонстрируют общие черты в морфологии кристаллических образцов и пиролизатов дифталоцианинов урана и иттрия. Наблюдаемые различия относятся в основном к вариации размера детектируемых объектов, что подтверждает данные электронной микроскопии.

5) Методом малоуглового рассеяния нейтронов **показано**, что углеродные матрицы образованы фрактально подобными структурами, собственная плотность и упаковка которых зависят от температуры пиролиза. При низкотемпературном пиролизе доминируют рыхлые цепные структуры. При высокотемпературном пиролизе формируются малые углеродные глобулы с резкими границами. Это указывает на их плотную внутреннюю упаковку (слои графита). Согласно нейтронным данным, глобулы создают крупные агрегаты фрактального типа – сильно разветвленные структуры. Данные атомно-силовой микроскопии позволили визуализировать эти структуры с различными металлами-комплексообразователями. Это представляется важным для применения углеродных матриц в целях инкапсулирования нуклидов (актиноидов) и их длительного хранения, т.к. высокотемпературный пиролиз создает структуры с надежными барьерами для удержания тяжелых атомов.

6) **Научная новизна** проведенных исследований заключается в том, что **впервые** изучены неизвестные ранее закономерности структурных превращений дифталоцианинов различных металлов (редкоземельных элементов, актиноидов) на нано(микро)масштабах в ходе пиролиза при низких и высоких температурах (900-1500°C). Установлено, что повышение температуры термообработки ведет к перестройке структуры пиролизатов по общему механизму. Составляющие матрицы – массовые рыхлые агрегаты – превращаются в компактные глобулы размером  $\sim 1$  нм из фрагментов графита. При низкотемпературном пиролизе (900°C) металл распределяется в матрице углерода в виде атомных примесей внедрения, тогда как при высокотемпературном пиролизе (1200-1500°C) атомы ассоциируют, создавая металлические нанокластеры в многослойных углеродных оболочках, что

наблюдалось для образцов исходных дифталоцианинов. В итоге исследований **впервые** выявлены законы эволюции структуры композитов по мере повышения температуры пиролиза, что позволяет управлять конечной структурой получаемых материалов.

7) **Практическая значимость работы состоит в том, что** понимание закономерностей образования структуры пиролизатов позволит управлять процессами формирования их структуры, задавать степень пористости, размер областей свободного объема и их связность, регулировать распределение атомов металла в виде примесей внедрения, наноразмерных кластеров. Разработаны научные основы технологии получения металл-углеродных нанокомпозитов, востребованных для научно-технических и промышленных применений, в том числе для инкапсулирования высокоактивных отходов ядерного топлива, делящихся материалов для автономных ядерных установок, медицинских изотопов.

8) **Достоверность проведенных исследований подтверждается** использованием современного высокоточного сертифицированного оборудования, хорошо отработанных и протестированных взаимно-дополняющих экспериментальных методик, согласием результатов, полученных различными экспериментальными методами, воспроизводимостью результатов на разных образцах и в разных сериях измерений, взаимным соответствием параметров и согласованием полученных экспериментальных результатов, прошедших научную экспертизу при опубликовании и апробацию на международных конференциях.

9) **Личный вклад соискателя** заключается в постановке задач, приготовлении образцов, планировании, подготовке и проведении экспериментов, обработке, анализе и обобщении данных, проведении расчетов и моделировании структур, публикации и представлении результатов в виде статей и докладов, подготовке диссертации. Автор вел работы по синтезу и пиролизу образцов, самостоятельные радиохимические исследования изотопных образцов пиролизатов, адаптировал и усовершенствовал методику атомно-силовой микроскопии для решения поставленных задач, выполнил нейтронные эксперименты с последующим анализом результатов, их сравнение с данными других методов.

Полученные автором результаты исследований обсуждались на отечественных и международных научных конференциях, основные результаты работы опубликованы в рецензируемых научных изданиях, входящих перечень ВАК РФ.

\* \* \*

Диссертационный совет пришел к выводу, что диссертационная работа БАЙРАМУКОВА Виктора Юрьевича «Структура пиролизатов дифталоцианинов металлов» на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности

01.04.07 – «Физика конденсированного состояния» представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней, утвержденным Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842.

На заседании **20 декабря 2018 г.** Диссертационный совет принял решение присудить **Байрамукову Виктору Юрьевичу** ученую степень кандидата физико-математических наук.

При проведении тайного голосования Диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 5 докторов наук по специальности диссертации, участвовавших в заседании из 23 человек, входящих в состав совета, проголосовал:

за присуждение ученой степени – 15,

против присуждения ученой степени – 1,

недействительных бюллетеней – 0.

Протокол счетной комиссии утвержден открытым голосованием **единогласно**.